

## ⑫特許公報(B2)

昭57-21842

⑮ Int.Cl.<sup>3</sup>H 01 F 1/08  
7/02

識別記号

庁内整理番号

6730-5E  
6762-5E

⑭公告 昭和57年(1982)5月10日

発明の数 2

(全5頁)

1

⑮希土類金属間化合物磁石およびその製造方法

⑰特 願 昭48-395

⑱出 願 昭47(1972)12月26日

⑲公 開 昭49-86896

⑳昭49(1974)8月20日

㉑発 明 者 小此木格

諏訪市上川一丁目1507

㉒出 願 人 株式会社諏訪精工舎

東京都中央区銀座4丁目3番4号 10

㉓代 理 人 弁理士 最上務

## ㉔特許請求の範囲

1 R(La, Y, Ce, Sm, Prなどの希土類金属の1種または2種以上), 残部がM(Fe, 15 Co, Ni, Cuの1種または2種以上)と不純物からなるRM<sub>5</sub>, R<sub>2</sub>M<sub>17</sub>系化合物磁石体の表面を耐酸化性メッキ膜で被覆したことを特徴とする希土類金属間化合物磁石。

2 R(La, Y, Ce, Sm, Prなどの希土類金属の1種または2種以上), M(Fe, Co, 20 Ni, Cuの1種または2種以上)および不純物を溶解, 鋳造し, 熱処理を施した後, 粉末化し, 焼結もしくは樹脂バインダーによつて固化して磁石化することにより, RM<sub>5</sub>, R<sub>2</sub>M<sub>17</sub>系化合物磁石体を形成した後, さらに表面をメッキすることによつて耐酸化性被膜を形成することを特徴とする希土類金属間化合物磁石の製造方法。

## 発明の詳細な説明

本発明は、1種または2種以上の希土類金属 30 (以下Rと呼称)にFe, Co, Ni, Cuから選ばれた金属(以下Mと呼称)を1種又は2種以上溶解, 鋳造, 熱処理, 粉末化, 焼結, 樹脂バインダーによる固化等の工程を経て作られたRM<sub>5</sub>, R<sub>2</sub>M<sub>17</sub>系金属間化合物磁石およびその製造方法 35 に関するものである。

従来RM<sub>5</sub>, R<sub>2</sub>M<sub>17</sub>等で代表される金属間化合

2

物磁石はSmCo<sub>5</sub>, PrCo<sub>5</sub>, Sm<sub>0.5</sub>Pr<sub>0.5</sub>Co<sub>5</sub>等が実用的に知られている。これらは磁石化の方法として2通り行なわれている。すなわち

SmCo<sub>5</sub>を例にとれば溶解鋳造後、焼鈍を行ない、  
5 非酸化性雰囲気中でボールミルを行ない微粉末化後、磁場プレス中で圧粉成形を行ない1000℃～1100℃で不活性ガスを用い焼結する方法、あるいは粉末に樹脂を結合剤として添加し、磁場中で圧粉成形を行なう方法が知られている。また、粉末を磁場プレス後、樹脂を真空含浸せしめる方法も行なわれている。これらにより作られた希土類金属間化合物磁石は周知のごとく耐酸化性に弱いことが説明されている。

一般に希土類金属Y, La, Ce, Sm, Pr, 15 などは空気中で自然酸化を起し、次第に安定な酸化物に移行し易いことは良く経験される。故に、RM<sub>5</sub>, R<sub>2</sub>M<sub>17</sub>等で代表される磁石においても当然酸化による磁気特性の劣化は危惧される。

本願発明の主目的はこれら表面から進行する酸化の促進を該表面に強固且つ安定な耐酸化性メッキ膜を形成させることにより酸化性雰囲気を遮断することにある。これにより希土類金属間化合物磁石の初期磁気性能が長期間維持できるものである。高性能化磁石であるため加工された磁石体同志の吸着現象を防止し表面に均一な耐酸化性メッキ膜を形成させるかが重要である。本発明は磁石体をメッキ槽の中で振動力, 回転力を印加するか、交流磁場中にて行なうことにより表面に均一なメッキ層を形成したものである。メッキ方法は普通行なわれている無電解メッキが有効である。その他イオンメッキ法、すなわち真空中で蒸発金属と磁石体に電気メッキと同様に直流電場を作ることにより磁石体の表面にメッキが行なえる。さらにメッキの種類はNi, Cu, Ni-Co, 35 Al, Fe, Cr, Mo, Ag, Zn等その他ほとんどの金属または合金に於て有効である。

以下実施例をあげ本願発明を具体的に詳述する。

## 実施例 1

SmCO<sub>3</sub>となるようSmが重量比で34%Coが65%、残部不純物からなる原料1kgを高周波溶解炉(Arガス中)で溶解鑄造した。

次に1050℃×5h, Arガス雰囲気炉で焼鈍し、ハンマクラツシャーで粗粉碎を行なった。

\*さらに粗粉末をトルエンを用いたアルミナ質セラミックスボット中で約20時間粉碎混合し、粒度約5~8μに調整した。得られたSmCO<sub>3</sub>粉末を表1に示すような内容で製造し、メツキ処理用試料

表 1 製造条件

試料 №	バインダー	圧粉助剤	磁 場 成 形		焼結条件	焼成条件
			試料の形状	成形圧力		
A	エポキシ樹脂	—	15φ×10 t <sub>m</sub> /m	5 t/cm <sup>2</sup>	—	140℃×60分
B	—	ステアリン酸亜鉛 0.5%	"	2 t/cm <sup>2</sup>	1080℃×30分	—

以上により得られた磁石の磁気特性は次の通りであつた。

試料№A { Br — 6500 G  
BHc — 6000 Oe  
(BH)<sub>max</sub> — 1.21×10<sup>6</sup> GOe

\* 試料№B { Br — 8500 G  
BHC — 8100 Oe  
(BH)<sub>max</sub> — 1.81×10<sup>6</sup> GOe

20 これら高性能磁石を電子腕時計の小型テンポモーター用磁石2.00φ×0.40 t%に加工し、メツキ用試料とした。表2はテンポモーター用磁石のメツキ条件を示す。

表 2 メツキ条件

試料№	種 類	メツキ条件		メツキ層 厚さ	そ の 他
		メツキ金属	メツキ方法		
A-1	無電解メツキ	Ni	95℃×5分	0.1 μ	白色光沢あり
A-2	"	Ni + Cu	95℃×5分 +常温5分	0.12 μ	銅赤色光沢あり
A-3	イオンメツキ	Al	真空中	0.15 μ	灰白色
A-4	"	Ni	"	0.2 μ	白色光沢あり
B-1	無電解メツキ	Ni	95℃×6分	0.20 μ	"
B-2	"	Ni + CO	95℃×5分	0.15 μ	"
B-3	イオンメツキ	CO	真空中	0.3 μ	"
B-4	"	Al	"	0.5 μ	灰白色
比較例1	—	—	—	—	A試料(従来品)
" 2	—	—	—	—	B試料( " )

なお本実施例の無電解メツキは交流磁場を印加して試料を回転させ吸着がほとんどない状態でメ

ツキしたものである。交流磁場磁気ヒステリシスを60 Hz にとつて行なつた。

これらの加熱による熱減磁の影響は表3に示す とおりである。

表 3 熱減磁特性

試料 $\mu$	初期特性	加熱後の磁束密度 (G)				
		50℃	100℃	150℃	200℃	300℃
A-1	1150 <sup>G</sup>	1140 <sup>G</sup>	1150 <sup>G</sup>	1120 <sup>G</sup>	1100 <sup>G</sup>	1050 <sup>G</sup>
A-2	1160	1150	1150	1140	1090	1060
A-3	1100	1120	1100	1100	1060	1000
A-4	1120	1140	1120	1100	1080	1060
B-1	1500	1490	1500	1490	1460	1400
B-2	1600	1600	1610	1600	1580	1500
B-3	1550	1550	1540	1530	1500	1460
B-4	1580	1570	1570	1560	1550	1500
比較例1	1120	1100	1050	980	800	550
" 2	1520	1500	1460	1400	1250	1100

加熱試験は空气中で恒温槽に投入し各試料につき10個測定した時の単体磁束密度の変化である。測定器は高感度プローブを備えたガウスメーターである。

メツキされたテンプモーター用磁石は磁気性能の加熱安定性にすぐれていることがわかった。また他の利点は全面メツキでシールされるため空げきの間に磁石から脱落してくる粉末粒子が全くなり駆動用コイルとのコンタクトによる止まり等の欠点が全く解消できた。

#### 実施例 2

実施例1で得られた試料A, B 2種類について(15φ×10t%のもの)加熱後の磁気性能変化を確認した。加熱条件は実施例1に示すものと同一である。第1図に加熱温度と保磁力BHCの変化を示す。希土類金属間化合物磁石において性能低下の激しいのは保磁力BHCであることが、すでに確認されているため代表特性として挙げた。図中1は従来通りのものでメツキしていない試料

$\mu$ A(樹脂結合型磁石)を、2は同様に試料 $\mu$ B(焼結型磁石)のそれぞれ加熱酸化により保磁力が次第に低下しているグラフを示している。3は試料 $\mu$ Aと同様の試料に無電解Niメツキを行なつたもので95℃×7分メツキを行なつた。メツキ層の厚さは0.2μであつた。4は試料 $\mu$ Bと同様の試料に無電解Niメツキを行なつたもので95℃×7分メツキしたもので、メツキ層の厚さは0.3μであつた。

30 このようにメツキにより表面の酸化防止効果が顕著に認められることは、希土類金属間化合物の用途がさらに拡大化できる特徴を有する。

次に磁石体を純鉄板に接着し、接着強度を調べた。磁石は15φ×10t%純鉄棒は15φ×20t%で両試料とも円筒片面に接着層約0.05%になるように配置した。接着剤(エポキシ系)塗布後120℃×30分硬化し引張せん断強さを求めた。

表 4 接着強度

試料№	メツキ	接 着 法		接 着 強 度	
		接着剤	接着面積	強さ $Kg/cm^2$	破壊の場所
A-10	無電解Ni 0.3 $\mu$	エポキシ	1.80 $cm^2$	30	純鉄と接着剤の境界面
A-11	" Cu 0.5	"	"	25	磁石と "
B-10	" Ni 0.3	"	"	45	純鉄と "
B-11	" Cu 0.4	"	"	50	" "
比較例A	—	"	"	10	磁石と "
" B	—	"	"	15	" "

表4に示すように接着強度は大巾に向上している。特に精密小型関係の部品に使われている希土類金属間化合物磁石において接着強さの向上が得られることは信頼性の向上につながるものである。

また、希土類金属間化合物磁石はほとんど磁気性能が従来から知られているアルニコ系またはバリウムフェライト系磁石に対し、特に保磁力が、5000 Oe ~ 9000 Oe と10倍近い値を示すことから小型偏平に（薄型化）することができる。故に比表面積は増大し、耐酸化性が重要視されるものである。

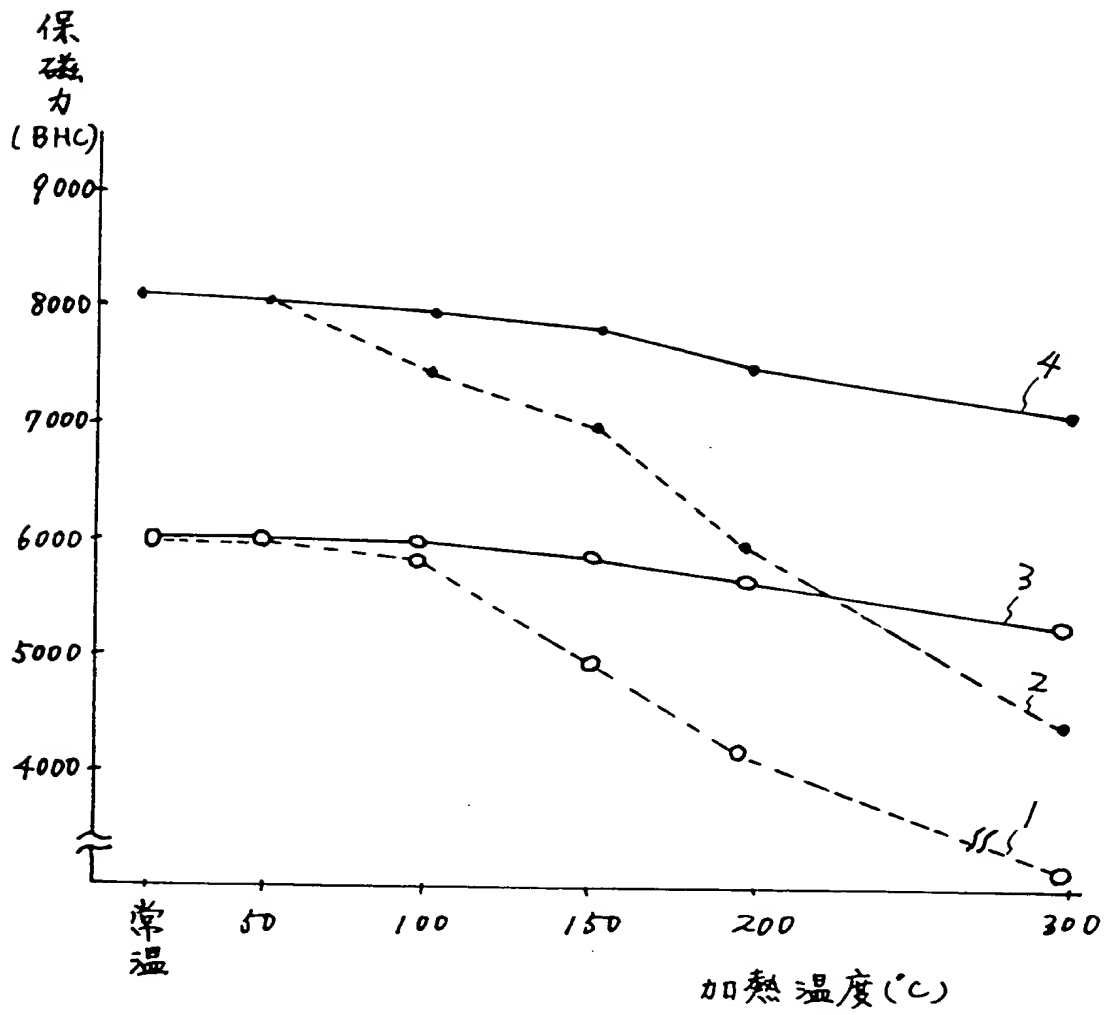
実施例に詳述したように希土類金属間化合物磁石から作られた磁石体の表面に各種メツキを行なうことは、磁気特性の安定化、信頼性の向上且つ接着強さの向上等の効果が期待できる。すなわち精密部品への用途拡大を計ることができる。例え

ば腕時計用小型モーター、水晶時計用ステップモーター精密機械用小型モーターのように小型でしかも磁極間距離の小さい磁気回路を有する部品では空けき内のゴミの付着によるコイルとのコンタクト、あるいは接着した場合の強度等要求特性は厳格である。

これらが本願発明によれば全く解消できるもので希土類金属間化合物磁石の工業化にとつて極めて多大の効果をもたらすものである。

#### 図面の簡単な説明

第1図は本実施例2における加熱温度と磁気特性（保磁力BHC）の変化を示すグラフである。図中1は試料№Aの、2は試料№B、また3は試料№Aにメツキしたもの、4は試料№Bにメツキを行なったもののそれぞれ加熱温度と磁気特性の変化を示す。



第 1 図